

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-234206

(43)Date of publication of application : 22.08.2003

(51)Int.Cl.

H01F 1/24  
B22F 3/08

(21)Application number : 2002-031144

(22)Date of filing : 07.02.2002

(71)Applicant : **ASAHI KASEI CORP**

(72)Inventor : SUZUKI TOSHIHARU

MACHIDA KENICHI

KAKIMOTO ETSUJI  
SOMEI MATSUKI

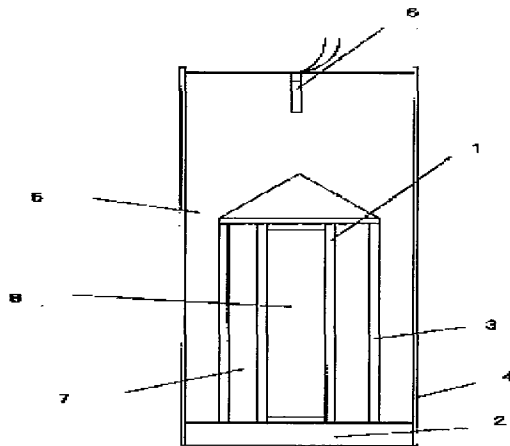
DOKE KIYOTAKA

**(54) SOFT MAGNETIC SOLID MATERIAL AND ITS MANUFACTURING METHOD**

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a high-density soft magnetic solid material whose density is 85% or above without damaging insulating properties of soft magnetic powders having insulating films.

**SOLUTION:** The soft magnetic powders having the insulating films are compression-molded into the high-density soft magnetic solid material by the use of shock waves.



(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 公開特許公報 ( A )

(11) 特許出願公開番号

特開2003－234206

( P 2 0 0 3 － 2 3 4 2 0 6 A )

(43) 公開日 平成15年 8 月 22 日 (2003. 8. 22)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード

(参考)

H01F 1/24

H01F 1/24

4K018

B22F 3/08

B22F 3/08

5E041

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全6頁)

(21) 出願番号 特願2002－31144 ( P 2002－31144 )

(22) 出願日 平成14年 2 月 7 日 (2002. 2. 7)

(71) 出願人 000000033

旭化成株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜 1 丁目 2 番 6 号

(72) 発明者 鈴木 俊治

静岡県磐田郡福田町一色 94

(72) 発明者 町田 憲一

大阪府箕面市粟生間谷西 1 － 4 － 5 － 401

(72) 発明者 柿本 悦二

福岡県筑紫野市大字山家字八窪 5447 番地

旭化成株式会社内

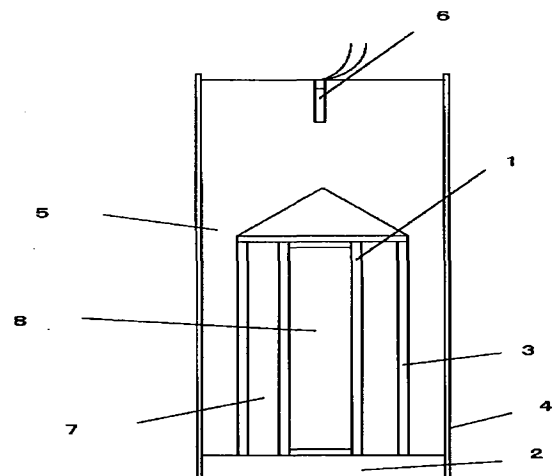
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 軟磁性固形材料とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末の絶縁性を破壊することなく、85%以上の高密度軟磁性固形材料を得ること。

【解決手段】 衝撃波を用いて圧縮固形化した。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末が圧縮固化化されてなり、絶縁被膜と軟磁性粉末の合計充填率が 85%以上である軟磁性固形材料。

【請求項 2】 軟磁性粉末が鉄系化合物である請求項 1 に記載の軟磁性固形材料。

【請求項 3】 軟磁性粉末がガスアトマイズ法又はガス水混合系アトマイズ法で作られた粉末又は機械的造粒法で整粒された粉末又はそれらの混合体である請求項 1 または 2 に記載の軟磁性固形材料。

【請求項 4】 絶縁被膜が樹脂、絶縁性セラミックス、絶縁性ガラスから選ばれた請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の軟磁性固形材料。

【請求項 5】 空芯円筒状に圧縮固化化されてなる請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の軟磁性固形材料。

【請求項 6】 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末をコア部材と共に衝撃波により圧縮し、コア部材の少なくとも一部を除去してなる請求項 5 に記載の軟磁性固形材料。

【請求項 7】 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末に衝撃波を加えて圧縮固化化する軟磁性固形材料の製造方法。

【請求項 8】 コア部材と共に衝撃波を加えて圧縮固化化し、コア部材の少なくとも一部を除去して空芯円筒状にする請求項 7 に記載の軟磁性固形材料の製造方法。

【請求項 9】 液体を介して衝撃波を加える請求項 7 または 8 に記載の軟磁性固形材料の製造方法。

【請求項 10】 衝撃波を加えて圧縮固化化した後熱処理する請求項 7 ～ 9 のいずれかに記載の軟磁性固形材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電源トランス用のノイズフィルター、過飽和リアクトル、トランス、モータ用コア、ヨーク材等に用いられる軟磁性固形材料及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】鉄粉又はセンドスト粉等を圧縮成形する方法として、例えば雑誌「電気製鋼」第 69 巻第 3 号第 181 ～ 187 ページ（1998 年）に記載されるように、鉄粉又はセンドスト粉等に樹脂をコーティングし、プレス機を用いて圧縮し、固形材料を得る方法、又は特開昭 59 - 179729 号公報に開示されるように、非晶質合金を酸化処理し、その粉末の表面に結晶性酸化層を形成し、無機物又は有機物を接着剤として爆発圧着法又は温管圧縮法で圧縮して固形材料を得る方法、又は書籍「セラミックスの複合化」第 141 - 147 ページ（1997 年日本セラミックス協会発行）に記載されるように、Fe-Si-Al 系粉末を酸化処理し、酸化の速度論的差異を利用して表面に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層を形成させ、ホットプレスで固形材料を得る方法等が知られている。

別の技術としては、アモルファス又は微結晶箔体を有機

物固着材を介して積層巻きした成形材料が電源用トランス等に利用されている。また、ケイ素鋼板を打ち抜き、絶縁材を挟んで積層化したものがモータ用コア等として用いられている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】前記雑誌「電気製鋼」に記載されているような樹脂コーティングを用いる場合は、プレス機の圧力を 13 トン/cm<sup>2</sup> 程度の非常に高い圧力を用いても粉末と絶縁樹脂を含めた複合材の相対密度は最大 80% 程度が上限である。そのため、充填率の低い圧縮成形材料としてしか利用されておらず、透磁率の高い固形材料が得られていない。また飽和磁化も低いものであった。又前記した合金の表面に酸化層を形成させる場合は、有機物又は無機物を接着剤として添加するため絶縁材量が多くなり、特性が低下する等の問題があった。

【0004】更に前記書籍「セラミックスの複合化」の中で記載されている爆発圧着に関しては、具体的手段が開示されていない。又、同書籍「セラミックスの複合化」には、粉末に酸化被膜を形成させてホットプレスで圧縮する方法が開示されているが、温度をかけて圧縮するため金属層と酸化被膜の熱膨張差により酸化被膜にクラック等が発生し易い。他方、アモルファスや微結晶の箔体を素材とするものは高価であることが多く、またこれを用いて例えばトロイダルコアを製造する場合は、薄くて硬い絶縁層塗布を行うことが容易でない。

【0005】ケイ素鋼板を打ち抜き、絶縁材を挟んで積層化したものは、商用周波数では有用であるが、高周波においては渦電流損が大きいため、高周波における用途が増加しているにもかかわらず適用が限られている。その為、絶縁性を有する軟磁性の高密度固形材料の出現が望まれていた。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前記問題を解決するために鋭意検討を行った結果、絶縁被膜をもつ軟磁性粉末に衝撃波を加えて圧縮固化化することによって絶縁被膜をもつ非常に高密度の軟磁性固形材料を得ることができることを見出し、本発明をなすに至った。

【0007】すなわち、本発明の態様は以下のとおりである。

(1) 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末が圧縮固化化されてなり、絶縁被膜と軟磁性粉末の合計充填率が 85% 以上である軟磁性固形材料。

(2) 軟磁性粉末が鉄系化合物である上記 (1) に記載の軟磁性固形材料。

(3) 軟磁性粉末がガスアトマイズ法又はガス水混合系アトマイズ法で作られた粉末又は機械的造粒法で整粒された粉末又はそれらの混合体である請求項 (1) または (2) に記載の軟磁性固形材料。

(4) 絶縁被膜が樹脂、絶縁性セラミックス、絶縁性

ガラスから選ばれた上記 (1) ~ (3) のいずれかに記載の軟磁性固形材料。

【0008】 (5) 空芯円筒状に圧縮固化されてなる上記 (1) ~ (4) のいずれかに記載の軟磁性固形材料。

(6) 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末をコア部材と共に衝撃波により圧縮し、コア部材の少なくとも一部を除去してなる上記 (5) に記載の軟磁性固形材料。

(7) 絶縁被膜をもつ軟磁性粉末に衝撃波を加えて圧縮固化する軟磁性固形材料の製造方法。

(8) コア部材と共に衝撃波を加えて圧縮固化し、コア部材の少なくとも一部を除去して空芯円筒状にする上記 (7) に記載の軟磁性固形材料の製造方法。

(9) 液体を介して衝撃波を加える上記 (7) または (8) に記載の軟磁性固形材料の製造方法。

(10) 衝撃波を加えて圧縮固化した後熱処理する上記 (7) ~ (9) のいずれかに記載の軟磁性固形材料の製造方法。

【0009】以下本発明の態様について更に詳細に説明する。ここで用いられる軟磁性粉末としては、Fe、Fe-Co、Fe-Ni、Fe-Si、Fe-Si-Al、Ni-Fe-Mo等のFe化合物又は合金を用いることができる。この軟磁性粉末は、アモルファス又は多結晶性でもよい。その組成又は配合は、利用される周波数領域に応じて選択される。軟磁性粉末の製造方法としては、一般的に金属等の粉末化方法を用いることができる。これらにより得られる軟磁性粉末としては、例えば還元粉末、アトマイズド粉末、機械粉碎粉末等がある。アトマイズ法としては、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法等があるが、ランダムに粉末を充填した際、粉末の形状は球形に近い方が衝撃波圧縮において絶縁被膜が破壊し難い。この点でガスアトマイズ法で作られた粉末は表面が丸くなっているが好ましい。

【0010】また、冷却媒体として水及びガス混合系を用いた方法も用いられる。この場合は、水アトマイズ法とガスアトマイズ法の間の特徴を示し、粉末表面に鋭角部が少なく、ガスアトマイズ法と同様に好ましい。但し、水アトマイズド粉末、機械粉碎粉末等でも使用することは可能である。この場合は、更に機械的な造粒法を用い、球形に近い形にしたものを用いる方がより好ましい。扁平な軟磁性粉末を衝撃波の進行方向に配向させて配置する場合は、形状の制限はない。

【0011】軟磁性粉末の平均粒径としては、20~400ミクロンが好ましい。より好ましくは、40~200ミクロンである。粉末の充填率の観点から粒径ピークが2つあるバイモーダルな粉末混合系が好ましく、全体の平均粒子径は上記範囲の中で、その径として1/5以下の比率差が好ましい。組成により、タッピング密度を確認し、高タッピング密度の粒径比を選択する。軟磁性粉末に、絶縁被膜をコーティングする材料としては樹

脂、絶縁性セラミックス等を用いることができる。

【0012】樹脂としては、熱可塑性、熱硬化性樹脂が上げられる。衝撃波で圧縮する場合は、熱可塑性樹脂の方が圧縮変形の観点から好ましい。熱可塑性樹脂としては、ポリアミド、ポリイミド、ポリオレフィン、シリコン樹脂等があり、熱硬化性樹脂としてはエポキシ、ポリエステル、アクリル樹脂等がある。樹脂の種類によってコーティング方法が選択される。例えば、湿式でのマイクロカプセル法、乾式でのマイクロカプセル法等が利用できる。樹脂を用いる場合は、軟磁性粉末との接合を強化するために、予めカップリング剤を軟磁性金属粉等の表面に処理することができる。カップリング材としては、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤等が利用できる。樹脂の量としては、2~10重量%の範囲がよい。より好ましくは、3~8重量%の範囲である。

【0013】絶縁性セラミックスとしては、乾式法で母材となる軟磁性粉末に平均粒径1ミクロン以下の微細なセラミックス粉末を機械的処理法で表面に付着させ、表面改質することができる。又使用するセラミックスとして、劈開性のある六方晶窒化ホウ素等のセラミックスを用いると被覆性が良くなる。劈開性のある場合は、上記平均粒径より大きくてもよい。また、劈開性のある場合は、衝撃圧縮時の流動性も良くなるようであり、金属間の抵抗破壊が起こり難くなる。この方法の一例としては、株式会社奈良機械製作所のハイブリタリゼーション方法が知られている。

【0014】更には有機・無機ハイブリッドのカップリング剤を表面処理し、その後酸化して軟磁性粉末の表面にセラミックスをコーティングする方法も利用できる。更には、金属コーティングをし、その後酸化してセラミックス化する事も可能である。例えば、アルミニウムをコーティング処理し、その後酸化する方法等である。これらの場合、従来技術として説明したように粉末そのものを酸化処理して酸化剤層を形成させるのと異なり、粉末に後でセラミック層を被覆するため、圧密化する際の母材変形への対応力があり、衝撃波による圧縮に耐えると考えられている。この場合でも劈開性を持つセラミックスはその効果が認められる。セラミックスの厚みとしては、0.010~1ミクロンがよい。

【0015】衝撃波を用いて圧縮固化する場合は温度が比較的上昇しないので、セラミックスと母材の熱膨張の差による被覆の破壊が起き難く、良好な結果を引き出す。絶縁性ガラスの場合は、セラミックスと同様の乾式法等が可能である。又その後、ガラス流動化温度まで上げ、表面の付着状況を均質化してよい。衝撃波を用いて圧縮固化する方法としては、一般に利用される円筒収束法、一軸圧縮法等が利用できる。特に空芯円筒状の圧縮体を得るには、中心にコア材をいれた円筒収束法を用いることができる。

【0016】爆薬としては、低爆速粉状爆薬（例えば、旭化成株式会社製の爆発圧着用爆薬（商品名 PAVE X））、ANFO、含水爆薬、エマルジョン爆薬、高性能爆薬等一般的に利用される爆薬を選択することができる。爆速としては、2,000～9,500m/sの範囲の爆薬が利用でき、軟磁性粉末の特性により適宜選択される。絶縁被膜の破壊を抑制して圧縮固化するには、低爆速の方が好ましい。2,000～5,000m/sが好ましく、更に好ましくは2,000～4,000m/sである。但し、絶縁材料がセラミックスの場合は、好ましい爆速範囲の中でも高めの方がよい。高爆速の爆薬を用いる場合は、軟磁性粉末と爆薬の間の介在物の厚みを低爆速の場合より大きくし、衝撃波を制御することができる。衝撃波を用いて圧縮固化する場合に爆薬量は、爆薬の被圧縮体に対する質量比で、0.5～1.5の範囲を好ましく選択することができる。より好ましくは1～8である。

【0017】衝撃波を用いて圧縮固化する場合、好ましくは液体を媒体とした衝撃波で圧縮固化することができる。更に好ましくは液体として水を用いる。水を媒体とする衝撃波（以下水中衝撃波という）を用いた場合、衝撃波圧力自体の持続時間は、空気を媒体とする場合と比較して長い。ため、絶縁被膜の破壊を抑制して圧縮固化することができる。衝撃圧縮による内部発熱は樹脂等の特性に影響を及ぼすことがあるが、水中衝撃波を用いた場合は、空気を媒体とする場合よりも、温度を低く保つことが非常に容易である。

【0018】すなわち、

(a) 水中衝撃波の圧力は、爆薬と水のユゴニオ関係によって決まり、圧力Pは概略次式で示される。  

$$P = 288 \text{ (MPa)} \{ (\rho / \rho_0)^{1/2} - 1 \}$$
 上式より、水中衝撃波を用いた場合には、水の密度 $\rho$ の基準時密度 $\rho_0$ に対する変化に関して圧力Pの増加量が非常に大きいため、爆薬量の調節により容易に超高圧が得られ、その際の軟磁性材料、絶縁被膜材料の温度は従来の衝撃波を用いた場合に比べて容易に低温度に保持される。

(b) 衝撃圧力自体の持続時間が従来の衝撃波を用いた場合よりも長い。

(c) 体積圧縮と衝撃波の非線型現象に基づくエントロピーの増加による磁性材料の温度上昇は極めて短時間に消失する。

(d) 磁性材料の温度は、その後高く保持されることが少なく、又、長く保持されることが少ない。

(e) 衝撃圧力が被圧縮体に対して均一に負荷される。水中衝撃波の持つこれらの優れた特徴により、軟磁性材料、絶縁被膜材料の特性への影響を与えず、高密度に容易に圧縮固化することができる。

【0019】

【発明の実施の形態】衝撃圧縮固化の方法の例につい

て、図及び実施例を用いて説明する。本発明は、これらの具体例によって何ら技術的範囲が限定されるものではない。図1は、衝撃波を水を介して円筒収束法で作用させる装置の例の概略図である。図1において、軟磁性粉末8は粉末充填用金属製パイプ1の中にセットする。水充填用金属製パイプ3の中には水7を入れておく。爆薬5は紙筒4の中にセットする。これらは金属製プラグ2により封じておく。起爆部6により爆薬5を起爆すると、軟磁性粉末8は、爆薬5の発する衝撃波によって水7を介して半径方向に圧縮される。

【0020】この方法によって、空芯円筒状に圧縮成形された軟磁性固形材料を得ることができる。すなわち、軟磁性粉末をコア部材とともに衝撃波により圧縮し、コア部材の少なくとも一部を除去して空芯円筒状とすることが可能である。例えば、粉末充填用金属製パイプ1の軸に合わせてコア部材を配置し、そのコア部材の周囲に軟磁性粉末をセットし、粉末充填用金属製パイプ1の外部より衝撃波を加え、軟磁性粉末を衝撃波により圧縮固化し、前記コア部材の少なくとも一部を除去して空芯円筒状の軟磁性固形材料を得ることができる。

【0021】コア部材としては、金属、セラミックス、樹脂などの材質が使用でき、棒状固形材料を用いることができる。また、粉末充填用金属製パイプ1に対してコア部材として同心円状に中空円筒容器を配置し、その中に粉状、粒状、液体状の材料を充填したものを用いてもよい。特に、コア部材として純アルミニウム等の易切削性金属を用いることは、後加工の点で取り扱いやすい。

【0022】図2は、衝撃波を水を介して一軸圧縮法で作用させる装置の例の概略図である。図2において、軟磁性粉末16は軟磁性粉末容器17の中にセットされる。水収納部14の中には水13を入れてシール12及びシール13で封じておく。爆薬10は爆薬ケース11の中にセットされる。起爆部9により爆薬10を起爆すると、軟磁性粉末16は、爆薬10の発する衝撃波によって水13を介して軸方向に圧縮される。

【0023】図1及び図2には、水を用いた場合の図を記載したが、水の入る層を取り除いた構造でも本発明の相当の目的は達成できる。軟磁性粉末をセットするには、予備圧縮として相対密度40～80%までに充填しておき、次に衝撃波で圧縮する。これによって圧縮体の相対密度を85%以上にすることができる。衝撃波を大きくすることによって相対密度90～99%とすることもできる。

【0024】圧縮固化後に熱処理を実施すると、内部応力を解放し、軟磁性体の性能を安定化させることができる。熱処理は酸化劣化を防ぐために、真空中か不活性ガス中で行うのが好ましい。時間的には、0.5～2時間程度で充分である。絶縁被膜として樹脂を用いる場合は、樹脂の分解温度以下で処理する必要がある。但し、分解しても導電性を示さない場合は分解温度以上にあげ

(72)発明者 道家 清孝  
大分県大分市大字里2620番地 旭化成株式  
会社内

F ターム ( 参 考 )    4K018   AA24   AB01   AB02   AB03   AB04  
                         AB06   AB10   AC01   BA13   BB03  
                         CA41   GA02   KA43   KA63  
5E041   AA02   AA05   AA07   AA19   BB03  
                         BC01   BC08   BD03   HB05   HB14  
                         HB17   NN01   NN05